# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number:

(43)Date of publication of application: 18.08.1998

(51)Int.CI.

CO9K 11/06

(21)Application number: 09-038423

(71)Applicant: SHIROTA YASUHIKO

TDK CORP

(22)Date of filing:

06.02.1997

(72)Inventor: SHIROTA YASUHIKO

NOMA NAOKI

NANBA NORIYOSHI

INOUE TETSUJI

# (54) COMPOUND FOR ORGANIC EL ELEMENT AND ORGANIC EL ELEMENT (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a new thiophene compound useful for an organic EL element, etc., emitting light in high luminance, enabling continuous emission of light and having excellent reliability, low driving voltage, good display quality and high heat-resistance.

SOLUTION: This compound is expressed by the formula (R1 to R4 are each an alkyl, an aryl, an alkoxy, an aryloxy or amino; m1 to m4 are each \( \frac{1}{2} \); adjacent R1 to R4 may be bonded with each other to form a ring; (n) is 2-6), e.g. 5,5"-bis{4-[bis(4methylphenyl)amino]phenyl]-2,2':5',2"-terthiophene. The compound of the formula can be produced e.g. by the cross-coupling reaction of a dihalogenated thiophene polymer with a halogenated triphenylamine (derivative) in the presence of an Ni catalyst, etc.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-219242

(43)公開日 平成10年(1998) 8 月18日

(51) Int.Cl. 6 1

識別記号

C 0 9 K 11/06

FΙ

C 0 9 K 11/06

Z

審査請求 未請求 請求項の数4 FD (全 12 頁)

(21)出願番号

特願平9-38423

(22)出顧日

平成9年(1997)2月6日

(71)出願人 593045097

城田 靖彦

大阪府豊中市大黒町3-5-7

(71)出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁月13番1号

(72)発明者 城田 靖彦

大阪府豊中市大黒町3-5-7

(72)発明者 野問 直樹

大阪府摂津市千里丘4-13-7

(74)代理人 弁理士 石井 陽一

最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 有機EL素子用化合物および有機EL素子

## (57) 【要約】

【課題】 高輝度な発光が得られ、連続発光が可能で信頼性の高い有機E L素子を与える有機E L素子用化合物とこれを用いた有機E L素子を提供する。

【解決手段】 下記式(1)で表されるチオフェン系化合物を得、これを有機化合物層(特に発光層)に用いた 有機E L 素子とする

【化5】

$$(R_1)_{m1}$$

$$(R_4)_{m4}$$

$$(R_4)_{m4}$$

[式(1)において、 $R_1 \sim R_4$  は各々アルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリーロキシ基まだはアミノ基を表し、 $m_1 \sim m_4$  は各々 $0 \sim 5$  の整数である。 $m_1$ 

 $\sim$ m<sub>4</sub> が2以上の整数であるとき、隣接する $R_1 \sim R_1$  同土は互いに結合して環を形成してもよい。n は2 $\sim$ 6 の整数である ]

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記式(1) で示されるチオフェン系化合

物である有機EL素子用化合物

## 【化1】

$$(\mathsf{R}_1)_{m_1}$$

$$(\mathsf{R}_2)_{m_2}$$

$$(\mathsf{R}_4)_{m_4}$$

$$(\mathsf{R}_4)_{m_4}$$

[式(I) において、 $R_1 \sim R_4$  は各々アルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリーロキシ基またはアミノ基を表し、 $m_1 \sim m_4$ が2以上の整数であるとき、隣接する  $R_1 \sim R_1$  は各々互いに結合して環を形成してもよい。nは2~6の整数である。]

【請求項2】 請求項1の式(1)で示されるチオフェン系化合物を含有する有機化合物層を少なくとも1層有する有機EL素子。

【請求項3】 前記チオフェン系化合物を含有する有機 化合物層が正孔輸送性発光層である請求項2の有機EL 素子。

【請求項4】 前記チオフェン系化合物を含有する有機 化合物層が正孔注入輸送性化合物と電子注入輸送性化合 物とを含有する混合層の発光層である請求項2の有機E L素子。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、有機EL(電界発光)素子に関し、詳しくは、有機化合物からなる薄膜に電界を印加して光を放出する素子に関する。さらに詳しくは、特に発光層に特定のアミノ基含有チオフェン多量体を用いることで、低駆動電圧、安定な駆動、安定な発光、高表示品位、高効率、高耐熱性をもつ有機電界発光素子に関する。

#### [0002]

【従来の技術】有機E L 素子は、蛍光性有機化合物を含む薄膜を、陰極と陽極とで挟んだ構成を有し、前記薄膜に電子および正孔を注入して再結合させることにより励起子(エキシトン)を生成させ、このエキシトンが失活する際の光の放出(蛍光・燐光)を利用して発光する素子である。

【0003】有機EL素子の特徴は、10V程度の低電圧で100~100000cd/m²程度の高輝度の面発光が可能であり、また蛍光物質の種類を選択することにより青色から赤色までの発光が可能なことである。

【0004】一方、有機EL素子の問題点は、発光寿命が短く、保存耐久性、信頼性が低いことであり、この原因としては、

#### ① 有機化合物の物理的変化

(結晶ドメインの成長などにより界面の不均一化5年 じ、素子の電荷注入能の劣化・短絡・絶縁破壊の原因と なる。特に分予量500以下の低分子化合物を用いると 結晶位の出現・成長が起こり、膜性が著しく低下する また、ITO等の界面が荒れていても、顕著な結晶位の 出現・成長が起こり、発光効率の低下や、電流のリーク を起こし、発光しなくなる。また、部分的非発光部であるダークスボットの原因にもなる。)

#### 【0005】② 陰極の酸化・測離

(電子の注入を容易にするために仕事関数の小さな金属としてNa・Mg・Li・Ca・K・A Lなどを用いてきたが、これらの金属は大気中の水分や酸素と反応したり、有機層と陰極の剥離が起こり、電荷注入ができなくなる、特に高分子化合物などを用い、スピンコートなどで成膜した場合、成脛時の残留溶媒や分解物が電極の酸化反応を促進し、電極の剥離が起こり部分的な非竜光部を生じさせる。)

【0006】 ② 発光効率が低く、発熱量が多いこと (有機化合物中に電流を流すので、高い電界強度下に有 機化合物を置かればならず、発熱からは逃れられない その熱のため、有機化合物の溶融・結晶化・熱分解など により素子の劣化・破壊が起こる。)

【 0 0 0 7 】 **④**有機化合物層の光化学的変化・電気化学 的変化

(有機化合物に電流を流すことで有機化合物が劣化し、電流トラップ・励起チトラップ等の欠陥を生じ、駆動電圧の上昇、頻度の低下等の素子劣化が起こる。) などが 挙げられる。

【0008】したがって、このような問題点を解決する。 ことが望まれている。

#### [0009]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、第一に、特に物理的変化や光化学的変化、電気化学的変化の少ない光・電子機能材料となるチオフェン系化合物である有機Eし素子用化合物を提供することである。そして、第二に、このような有機Eし素子用化合物を用い、信頼性および発光効率の高い種々の発光色を持った有機

E L素子を実現することである。特に、電子・正孔(ホール)の両キャリアに対する安定性の高い化合物を蒸着法で形成した有機薄膜を用い、素子の駆動時の駆動電圧上昇や輝度の低下、電流のリーク、部分的な非発光部の出現・成長を抑え、輝度の低下が小さく、高耐熱性等の信頼性が高い高輝度発光素子を実現することである。

[0010]

【0012】 [式(I) において、 $R_1 \sim R_1$  は各々アルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリーロキシ基またはアミノ基を表し、 $m_1 \sim m_4$ が2以上の整数であるとき、隣接する $R_1 \sim R_4$  は各々互いに結合して環を形成してもよい、n は2 $\sim$ 6 の整数である。]

- (2) 上記(1)の式(I)で示されるチオフェン系 化合物を含有する有機化合物層を少なくともI層有する 有機EL素子。
- (3) 前記チオフェン系化合物を含有する有機化合物 層が正孔輸送性発光層である上記(2)の有機EL素 子。
- (4) 前記チオフェン系化合物を

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記  $(1) \sim (4)$  の本発明により達成される。

(1) 下記式(1) て示されるチオフェン系化合物でかる有機Eも素子用化合物

[0011]

【化2】

$$(R_1)_{m1}$$

$$(R_2)_{m2}$$

$$(R_4)_{m4}$$

$$(R_4)_{m4}$$

シ 期またはアミノ 期を表し、 $m_1 \sim m_1$ は各々 $0 \sim 5$ の悠 数である。
  $\left\{0.0.1.5\right\} R_1 \sim R_1$  で表されるアルキル 期として

々アルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリーロギ

【0.0.1.5】 $R_1 \sim R_1$  で表されるアルキル基としては、直鎖状でも分岐を有するものであってもよく、炭素数  $1 \sim 1.0$ のものが好ましく、置換基を有していてもよい。この場合の置換基としてはアルキル基、アルコキシ基、アリール基、アリールオキシ基、アミノ基、ハロゲン原子等が挙げられる

【0.0.1.6】 $R_1 \sim R_1$  で表されるアルキル馬としては、メチル基、エチル馬、(n-, i-) フロヒル基、(n-, i-) フロヒル基、(n-, i-) フロヒル基、(n-, i-, s-, i-) ブチル基等が挙げられる【0.0.1.7】 $R_1 \sim R_1$  で表されるアリール馬としては、単環もしくは多環のものであってよく、縮合環や環集合も含まれる。総農素数は $6 \sim 2.0$ のものが好まして、置換馬を存していてもよい。この場合の置換馬としては、アルキル書と同様のものが挙げられる。

【0.0.1.8】 $R_1 \sim R_1$  で表されるアリール基の具体例としては、フェニル基、(o-, m-, p-) トリル基、ピンニル基、ペリンニル基、コロネニル基、ナフチル基、アントリル基、(o-, m-, p-) ピフェニリル基、フェニルアントリル基、トリルアントリル基等が挙げられる。

【 $0.0\pm9$ 】 $R_1$  ~ $R_1$  で表されるアルコキシ基としては、アルキル部分の炭素数 1 ~6 のものが好まして、具体的にはメトキシ基、エトキシ基、エーブトキシ基等が挙げられる。アルコキシ基はさらに置換されていてもよい

層が正礼注入輸送性化合物と電子注入輸送性化合物とを 含有する混合層の発光層である上記(2)の有機ELL器 子。

# [0013]

【作用】木発明の有機Eし素子は、式(1)で示されるチオフェン系化合物を有機化合物層、特に好ましくは発光層に用いているため、高輝度で寿命の長い発光が可能である。また、大気下で1年以上安定であり結晶化を起こさない。また、高温駆動にも耐えられる。また、本発明の有機Eし素子は、低駆動電圧・低駆動電流で効率よく発光する。さらに、本発明の有機Eし素子は、連続駆動時に駆動電圧の上昇が小さい。なお、本発明の有機Eし素子の発光極大波長は、400~700m程度であり、式(1)においてnを調整した種々のチオフェン化合物を得、これを用いることによって種々の発光色をもった発光素子を得ることができる。

#### [0014]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。本発明の有機EL素子用化合物は式(I) で示されるチオフェン系化合物である。式(I) について説明すると、式(I) において、 $R_1 \sim R_4$ は各

【0021】 $R_1 \sim R_4$ で表されるアミノ基としては、無置換でも置換基を有するものであってもよく、前記アルキル基、前記アリール基を置換したモノ、ジー置換のアミノ基が好まして、具体的にはアミノ基、ジメチルアミノ基、ジエナルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジビフェニリルアミノ基、N-フェニル-N-Fリルアミノ基、N-フェニル-N-Fリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基、N-Tニールートリルアミノ基。N-T

【0.0.2.2】 $m_1 \sim m_1$ は各々 $0 \sim 5$ の整数であるが、0または1であることが好ましく、特に $m_1 = m_2 = m_3 = m_4 = 0$ または1であることが好ましい。 $m_1 \sim m_4$ が1であるときの $R_1 \sim R_4$ の結合位置は4位(Nの結合位置に対してパラ位)であることが好ましい。

【0.0.2.3】なお、 $R_1 \sim R_4$ は各々同一でも異なるものであってもよい。また $m_1 \sim m_4$ が2以上の整数であると

き、 $R_1 \sim R_4$ 同上は同一でも異なるものであってもよく、隣接する $R_4 \sim R_4$ 同上は互いに結合して縮合環を形成してもよい。このような縮合環としては炭素環、複素環のに可知であってもよいが、炭素環が好よしく、特にはベンゼン環等が好ましく挙げられる。

【0.02.4】 $R_1 \sim R_1$ としては、特にアルキル基。アリール基が好ましい

【0.02.5】式(1) において、n(は2~6の整数であるが、<math>2、3 または4が好ましく、特には3 または4が好ましく、特には3 または4が好ましい

【0.0.2.6】以下に、式(1)で示されるチオフェン系化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。ここでは、式(1)の $R_1 \sim R_4$ 、 $m_1 \sim m_4$ 、 $n_1$ の組み合わせで示す。また $R_1 \sim R_4$ の結合位置ないの結合位置を上とした位置番号で示す。

[0027]

[化3]

					R.	Rz	R,	R.	
化合物 No.	111	m 2	m 2	m 4	π,	N2		17.4	n
I — 1	0	0	С	0	_	-	_	-	2
1-2	0	0	0	0	_	_	_	-	3
1 – 3	0	0	Ç	0	_	_	_	_	4
1 - 4	0	0	0	0	_	_	_	-	5
I – 5	0	0	0	0	_	_	_	~	6
T - 6	1	1	1	1	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	2
1-7	1	1	1	1	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	3
1-8	1	1	1	1	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	4
1 – 9	1	1	1	1	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	4ーメチル	5
1 -10	1	1	1	I	4ーメチル	4ーメチル	<b>4</b> ーメチル	<b>4</b> ーメチル	6
1-11	1	1	1	1	4ーエチル	4ーエチル	4ーエチル	4ーエチル	3
I -12	1	1	1	1	4ーエチル	4ーエチル	4ーエチル	4ーエチル	4
T -13	1	1	1	i	4ープチル	4ープチル	4ープチル	4ープチル	3
I -14	1	1	1	1	4 ープチル	4ープチル	4ープチル	4ープチル	4
I -15	1	1	1	ı	<b>イーフェニル</b>	4ーフェニル	4ーフェニル	4ーフェニル	3
I —16	1	1	1	1	4ーフェニル	4ーフェニル	4ーフェニル	4ーフェニル	4
I -17	1	ι	ı	t	4ーメトキシ	4ーメトキシ	4ーメトキシ	4ーメトキシ	3
1-18	1	l	1	1	4ーメトキシ	4ーメトキシ	4ーメトキシ	4ーメトキシ	4

[0028]

化合物 No.				【化4】						
	m ı	m a	m s	m 4	R.	R <sub>2</sub>	R.	R₄	n	
I — 19	]	1	1	1	4-75/49	4 -7x/+3	4-75/49	4-75/49	3	
I -20	1	1	1	1	4-71/49	4-71/1	4-71/17	4-75/47	. 4	
I -21	1	1	1	1	4-9351731	4-1111111	4-5/11/3/	4-9341781	3	
I -22	1	1	1	1	4-9391131	4 - 554.8737	1-9491731	4-9/11/73/	4	
1 - 23	2	2	2	2	2.3 縮合ぐゾ	2,3 結合ベンゾ	2.3 縮合ベフグ	2.3 縮合ベツ	3	
I -24	2	2	2	2	2.3 紹合インソ	2,3 箱合ベンゾ	2.3 縮合ベバ	2.3 総合ベング	4	
I -25	2	2	2	2	3.4 紹合心/	3.4 縮合心り	3.4 総合ベッダ	3.4 縮合(ツ)	3	
I -26	2	2	2	2	3.4 縮合心/	3.4 総合心外	3.4 総合インシ	3.4 縮合インソ	4	

ことができる。具体的には、目的物に応じ、ジハロゲン化チオフェン多様体とハロゲン化トリフェニルアミンないしその誘導体とをNi触媒等の存在下にクロスカッフリング反応させるなどすればよい。

【0030】化合物の同定は、質量分析、元素分析、可 視・監外線吸収スペクトル等によって行うことができ る。

【0031】これらの化合物は、300~1000程度の分子量をもち、融点は80~300 C程度、ガラス転移温度は50~200 C程度である。分子量が500以上であれば、バインダー樹脂を用いることなく、それ自体で薄膜化することができる。

【0032】式(1)で示されるチオフェン系化合物は 1種のみを用いても2種以上を併用してもよい。

【0033】本発明の有機EL素子の構成例を図1~図3に示す。図1~図3においては、同一の構成要素は同一符号を用いて示すものとする。式(1)で示されるチオフェン系化合物はこうした有機EL素子の有機化合物層に用いられるものである。

【0034】まず、図1について説明すると、図1に示される有機EL素子1Aは、基板2上に陽極3を有し、さらに発光層5を有し、発光層5上に陰極7を有するものである。

【0035】また、図2に示される有機EL素子1Bは、図1の有機EL素子1Aにおいて発光層5と陰極7との間に電子注入輸送層6を介在させたものである。

【0036】そして、図1、図2においては、いずれも 基板2側から発光光が取り出される。

【0037】また、図3に示される有機形し素子10 は、基板2上に、陽極3、正孔注入輸送層4、発光層 5、電子注入輸送層6、陰極7を順次有し、基板2側か ら発光光を取り出すものである。そして、基板2と陽極 3との間には、発光色をコントロールするために、基板 2側からカラーフィルター膜8および蛍光変換フィルタ 一膜りが設けられている。さらに、有機EL素子ICに は、これらの各層4~6、8、9および電極3、7を覆 う封止層10が設けられており、これら全体がガラス基 板2と一体化されたケーシング11中に配置されてい。 る。また、封正層10とケーシング11との間には気体 あるいは液体12が充填されている。封正層10はテフ ロン等の樹脂で形成されており、ケーシング11の材質 はガラスやアルミニウム等とすればよく、光硬化性樹脂 接着剤等で基板2等と接合することができる。気体ある いは液体12としては乾燥空気、No、Arなどの不活 性気体、プロン系化合物などの不活性液体や吸湿剤等が 用いられる。

【0038】発光層は、正孔(ホール)および電子の注入機能、それらの輸送機能、正孔と電子の再結合により励起子を生成させる機能を有する。正孔注入輸送層は、陽極からの正孔の注入を容易にする機能、正孔を安定に

輸送する機能わまび電子の輸送を妨げる機能を有し、電 子法人輸送層は、陰極いらの電子の注入を容易に生き性 能、電子を安定に輸送する機能および正孔の輸送をおれ る機能を有するものであり、仁れらの帽は、希達原見は 人される正孔や電子を閉じ込めさせて正孔や電子の需要 を増大させて再結合確立を向上させ、再結合領域を最適 化させ、発光効率を改善する。正孔注入輸送層および遺 子注入輸送層は、発光層に用いる化合物の正孔注人、正 孔輸送、電子主人、電子輸送の各機能の高さを考慮し、 必要に応じて設けられる。例えば、発光層に用いる化合 物の正孔注入輸送機能または電子注入輸送機能が高い場 合には、正孔注入輸送層または電子注入輸送層を設けず に、発光層が正孔注入輸送層または電子注入輸送層を並 ねる構成とすることができる。また、場合によっては正 孔注入輸送層および電子注入輸送層のいずれも設けなく てよい また、正孔注入輸送層および電子注入輸送層。 は、それぞれにおいて、注入機能を持つ層と輸送機能を 持つ層とに別聞に設けてもよい。また、発光層には正孔 および電子に対して安定でかつ蛍光強度の強い化合物を 用いることが好ましい。

【0039】発光層の厚さ、正礼注入輸送層の厚さむよび電子注入輸送層の厚さは特に限定されず、形成方法によっても異なるが、通常、 $5 \sim 1000 \, \mathrm{m}$ 程度、特に $10 \sim 200 \, \mathrm{m}$ とすることが好ましい。

【0040】正孔注人輸送層の厚さおよび電子注入輸送層の厚さは、再結合・発光領域の設計によるが、発光層の厚さと同程度もしくはエブ10~10倍程度と事ればよい、電子もしくは正礼の、各々の注入層と輸送層を分ける場合は、注入層は1m以上、輸送層は20m以上とするのが好ましい。このときの注入層、輸送層の厚さの上限は、通常、注入層で100m程度、輸送層で1000m程度である。このような膜厚については注入輸送層を2層設けるときも同じである。

【0041】また、組み合わせる発光層や電子注入輸送層や正孔注入輸送層のキャリア移動度やキャリア溶度

(イオン化ポテンシャル・電子観和力により決まる)を 考慮し、膜厚をコントロールすることで、再結合領域・ 発光領域を自由に設計することが可能であり、発光色の 設計や、両電極の光の下沙効果による発光輝度・発光ス ヘクトルの制御や、発光の空間分布の制御を可能にで き、所望の色純度の素子や高効率な素子を得ることがで まる。

【0042】式(1)で示されるチオフェン系化合物は、正孔注入輸送性を与与、かつ高い登光強度を与っ化合物なので正孔注入および/よたは輸送層や発光層に用いることが好ましい化合物である。

【0043】特に、このような本発明のチオフェン系化合物は発光層に用いることが好ましく、さらには図2に示されるような態様において、正孔輸送性発光層に用いることが好ましい。

.【0044】本発明のチオフェン系化合物を発光層に用いる場合について説明する。

【0045】本発明のチオフェン系化合物は、それのみを蛍光物質として発光層に用いることができるが、他の蛍光物質とを併用してもよく、こうした蛍光物質としては、例えば、特開昭63-264692号公報に開示されているような化合物、例えばキナクリドン、ルブンン、クマリン、スチリル系色素等の化合物から選択される少なくとも1種が挙げられる。また、トリス(8ーキノリノラト)アルミニウム等の8ーキノリノールないしその誘導体を配位子とする金属錯体色素などのキノリン表導体、テトラフェニルブタジエン、アントラセン、ベリレン、コロネン、12-フタロへリノン誘導体等が挙げられる。さらには、特開平8-12600号のフェニルアントラセン誘導体、特開平8-12609号のテトラアリールエテン誘導体等も挙げられる。

【0046】特に電子輸送性があり、電子に対して安定な化合物を併用することが好ましい。

【0047】また、式(1)のチオフェン系化合物はホスト材料、特にそれ自体で発光が可能なホスト材料と組み合わせて使用することも好ましく、ドーバントとしての使用も好ましい。このような場合の発光層におけるチオフェン系化合物の含有量は0.01~10wt%、さらには0.1~5wt%であることが好ましい。ホスト材料と組み合わせて使用することによって、ホスト材料の発光波長特性を変化させることができ、長波長に移行した発光が可能になるとともに、素子の発光効率や安定性が向上する。

【0048】式(4)のチオフェン系化合物をドープするホスト材料としては、キノリノナト金属錯体、特にアルミニウム錯体が好ましい。このようなアルミニウム錯体としては、特開昭63-264692号、特開平3-25190号、特開平5-70733号、特開平5-258859号、特開平6-215874号等に開示されているものを挙げることができる。

【0049】具体的には、まず、トリス(8ーキノリノラト)アルミニウム、ビス(8ーキノリノラト)マグネシウム、ビス(ベンゾー 「トー8ーキノリノラト)配鉛、ビス(2ーメチルー8ーキノリノラト)アルミニウムオキシド、トリス(8ーキノリノラト)アルミニウム、トリス(5ーメチルー8ーキノリノラト)アルミニウム、8ーキノリノラト)ガリウム、ビス(5ークロロー8ーキノリノラト)カルシウム、5、7ージクロルー8ーキノリノラトアルミニウム、トリス(5、7ージブロモー8ーヒドロキシキノリノラト)アルミニウム、ボリ[電鉛(11)ービス(8ーヒドロキシー5ーキノリニル)メタン]、等がある。

【0050】また、8ーキノリノールないしその誘導体のほかに他の配位子を有するアルミニウム錯体であって

もよく、このようなものとしては、ビス(2ーメチル= 8-キノリノラト) (フェノラト) アルミニウム(H1) 、ビス(2ーメチルー8ーキノリノラト)(オルトー クンゾラト) アルミニウム(田) 、ビス (2ーメチルー 8ーキノリノラト) (マタークンゾラト) アルミニウム (III) 、ビス (2ーメチルー8ーキノリノラト) コハラ ークンゾラト) アルミニウム(日1) 、ビス(2ースチル -8-キノリノラト)(セルトーフェニルフェノラト) アルミニウム(日日)、ピス(2ーメチルー8ーキノリノ ラト) (メダーフェニルフェノラト) アルミニウム(ロ 1) 、ビス(2ーメチルー8ーキノリノラト) (ハラー フェニルフェノラト) アルミニウム(111) 、ビス(2 ー メチルー8ーキノリノラト) (2,3ージメチルフェノ ラト)アルミニウム(111)、ビス(2ーメチルー8ーキ ノリノラト) (2. 6ージメチルフェノラト) アルミニ ウム(日日)、ビス(2ーメチルー8ーキノリノラト)。 (3, 4ージメチルフェノラト) アルミニウム(111)、 ピス(2-メチル-8-キノリノラト) (3, 5-ジス チルフェノラト) アルミニウム(111) 、ビス(2ーメチ ルー8ーキノリノラト) (3, 5ージーtertープチルフ ェノラト)アルミニウム(111)、ピス(2ーメチルー8 ーキノリノラト) (2,6ージフェニルフェノラト) ア ルミニウム(III) 、ビス (2ーメチルー8ーキノリノラ ト) (2, 4, 6-トリフェニルフェノラト) アルミニ ウム(III)、ビス(2-メチルー8-キノリノラト) (2, 3, 6ートリメチルフェノラト) アルミニウムロ II) 、ビス(2ーメチルー8ーキノリノラト)(2. 3, 5, 6ーテトラメチルフェノラト) アルミニウム(1 II) 、ビス(2ーメチルー8ーキノリノラト)(1ーナ フトラト) アルミニウム(III) 、ビス (2-メチル-8 ーキノリノラト) (2ーナフトラト) アルミニウム(IL ビス(2、4ージメチルー8ーキノリノラト)。 (オルトーフェニルフェノラト)アルミニウム(111)、 ビス (2、4ージメチルー8ーキノリノラト) (パラー フェニルフェノラト)アルミニウム(日日)、ビス(2, 4-ジメチルー8-キノリノラト) (メターフェニルフ ェノラト)アルミニウム(III) 、ビス(2, 4ージスチ ルー8ーキノリノラト) (3, 5ージメチルフェノラ ト) アルミニウム(日日) 、ビス(2,4ージメチルー8 ーキノリノラト) (3, 5ージーtertーブチルフェノラ 下)アルミニウム(111)、ピス(2ーメチルー4ーエチ ルー8ーキノリノラト) (ハラークンブラト) アルミニ ウム(111)、ビス(2ーメチルー4ーメトキシー8ーキ ノリノラト) (パラーフェニルフェノラト) アルミニウ ム(111) 、ビス(2ーメチルー5ーシアノー8ーキノリ ノラト) (オルトークンゾラト) アルミニウム(ロロー ピス(2ーメチルー6ートリフルオロメチルー8ーキノ サノラト) (2ーナフトラト) アルミニウム(ロロ) 等が

【0.0.5.1】このほか、ビス(2ーメチルー8ーキュリ

ノラト) アルミニウム(III)  $-\mu$ ーオキソービス(2-メチルー8ーキノリノラト)アルミニウム(111)、ビス (2, 4ージメチルー8ーキノリノラト) アルミニウム (III)  $-\mu$ ーオキソービス (2, 4ージメチルー8ーキ ノリノラト) アルミニウム(III) 、ビス (4-エチルー 2-メチル-8-キノリノラト) アルミニウム([[1]) uーオキソービス (4-エチルー2-メチルー8-キノ リノラト)アルミニウム(III)、ビス (2-メチルー4) ーメトキシキノリノラト) アルミニウム(田) ーェーオ キソービス (2-メチルー4-メトキシキノリノラト) アルミニウム(日1)、ビス(5-シアノー2ーメチルー 8ーキノリノラト) アルミニウム(111) ーπーオキソー ビス (5-シアノー2-メチルー8-キノリノラト) ア ルミニウム(111) 、ビス (2ーメチルー5ートリフルオ ロメチル-8-キノリノラト) アルミニウム(III) -μ ーオキソービス (2-メチルー5-トリフルオロメチル -8-キノリノラト) アルミニウム(HII) 等であっても EU.

【0052】これらのなかでも、本発明では、特にトリス (8ーキノリノラト) アルミニウムを用いることが好ましい。

【0053】このほかのホスト材料としては、特別平8-12600号に記載のフェニルアントラセン誘導体や特別平8-12969号に記載のテトラアリールエテン誘導体なども好ましい。

【0054】式(1)のチオフェン系化合物を用いる発光層としては、上記のホスト材料と組み合わせるものとする他、少なくとも1種以上の電孔注入輸送性化合物との混合層とすることも好ましく、この混合層中に式(1)のチオフェン系化合物をドーパントとして含有させることも好ましい。このような混合層における式(1)のチオフェン系化合物の含有量は、0.01~20wth、さらには0.1~15wthとすることが好ましい。

【0055】混合層では、両キャリアのホッピング伝導パスができるため、各キャリアは極性的に優勢な物質中を移動し、逆の極性のキャリア注人は起こりにくくなるので、混合する各化合物を各キャリアに対して安定な化合物とすることで、有機化合物がダメージを受けにくくなり、素子寿命がのびるという利点があるが、式(1)のチオフェン系化合物をドーパントとしてこのような混合層に含有させることにより、キャリアに対して安定なまま混合層自体のもつ発光波長を変化させることができるともに、発光強長を主に長波長に移行させることができるとともに、発光強度を高め、かつ素子の安定性が向上する。

【0056】混合層に用いられる正孔注入輸送性化合物 および電子注入輸送性化合物は、各々、後記の正孔注入 輸送層等用の化合物および電子注入輸送層等用の化合物 の中から選択すればよい。

【0057】なかでも、電子注入輸送性化合物として

は、キノリン誘導体、さらには8ーキノリノーキでは、 その誘導体を配位子とする金属錯体、特にトリス 8ー キノリノラト)アルミニウムを用いることが好ましい。 【0058】また、上記のフェニルアントラセン誘導体、デトラアリールでデン誘導体を用いることも対まし

【0059】正孔注人輸送性化合物としては、強い合業をもったアミン誘導体、例えば以下に述べるデトラファニルジアミン誘導体、おらにはスチリルアミン誘導体、芳香族縮合環をもつアミン誘導体を用いるのが存ましい。

【0060】この場合の混合比は、キャリア密度、キャリア移動度により混合比を決めることが好ましい。正礼注入輸送性化合物。電子注入輸送性化合物の重量比点、 $10/99\sim99\cdot1$ 、さらには $10/90\sim90\cdot1$ 0、特には $20/80\sim80/20$ 程度となるようによることが好ましい。

【0.0.6.1】また、混合層の厚さは、分子層一層に相当 する厚なから、有機化合物層の膜厚末満とすることが好ましく、具体的には $1 \sim 8.5 \, \mathrm{nm}$ とすることが好ましく、 さらには $5 \sim 6.0 \, \mathrm{nm}$ 、特には $5 \sim 5.0 \, \mathrm{nm}$ とすることが好ましい。 ましい

【0062】上記においては、本意明のチオフェン系化合物を混合層にてドーバントとして用いる場合について述べてきたが、混合層における正礼注入輸送性化合物として用いることもできる。このような場合において、他のドーバント(例えばルブシンやクマリン等)を混合層にドープすることもできるし、さらには正礼注入輸送性化合物とは異なる式(1)のチオフェン系化合物をドーバントとして用いることもできる。

【0063】また、本範囲のチオフェン系化合物を下一パントとして用いる場合においても他のドーパントを併用することもできる。

【0064】混合層の形成方法としては、異なる態音順より蒸発させる共蒸音が好ましいが、蒸気圧(蒸発温度)が同程度あるいは非常に近い場合には、予め同じ蒸音ボード内で混合させておき、蒸着することもできる。混合層は化合物同士が均一に混合している方が好ましいが、場合によっては、化合物が島状に存在するものであってもよい、発光層は、一般的には、有機量光物質を蒸音するか、あるいは樹脂バインダー中に分散させてコーティングすることにより、発光層を所定の厚さに形成する。

【0065】本発明では、上記のような発光層と組み合わせて、電子注入性および/または輸送性の層として電子注入輸送層、電子注入層、電子輸送層のうちの少なくとも1層を設けてもよい。電子注入輸送性化合物としては、トリス(8ーキノリノラト)アルミニウム等の8ーキノリノールなしいその誘導体を配位子とする有限金属錯体などのキノリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、

ペリンン誘導体、ピリジン誘導体、ピリミジン誘導体、 キノキサリン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、ニトロ 置換フルオンン誘導体等を用いることができる。なかで も、トリス (8ーキノリノラト) アルミニウム等を使用 することが好ましい。電子注入輸送層の形成は発光層と 同様に蒸音等によればよい。

【0066】電子注入輸送層を電子注入層と電子輸送層とに分けて設層する場合は、電子注入輸送層用の化合物のなかから好ましい組合せを選択して用いることができる。このとき、陰極側から電子観和力の値の大きい化合物の層の順に積層することが好ましく、陰極に接して電子注入層、発光層に接して電子輸送層を設けることが好ましい。電子観和力と積層順との関係については電子注入輸送層を2層以上設けるときも同様である。

【0067】本発明では、式(1)のチオフェン化合物を発光層に用いる場合、少なくとも1層の正孔注入性および/または輸送性の層、すなわち正孔注入輸送層、正孔注入層、正孔輸送層のうちの少なくとも1層を設けてもよい。正孔注入輸送性化合物としては、特開昭63~295695号公報、特開平2~191694号公報、特開平3~792号公報、特開平5~234681号公報、EPO650955A1(対応特願平7~43564号)等に記載されている各種有機化合物、例えばテトラフェニルジアミン誘導体等の芳香族王級アミン、ヒドラゾン誘導体、カルバゾール誘導体、トリアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、アミノ基を有するオキサジアゾール誘導体、スチリルアミン誘導体、芳香族縮合環をもつアミン誘導体、ポリチオフェン等が挙げられる。

【0068】正孔注入輸送層を正孔注入層と正孔輸送層 とに分けて設層する場合は、正孔注入輸送層用の化合物 のなかから好ましい組合せを選択して用いることができ る、このとき、陽極(ITO:スズドーフ酸化インジウ ム等)側からイオン化ポテンシャルの小さい化合物の層 の順に積層することが好ましく、陽極に接して正礼注入 層、発光層に接して正孔輸送層を設けることが好まし い。また陽極表面には薄膜性の良好な化合物を用いるこ とが好ましい。このようなイオン化ポテンシャルと積層 順の関係については、正礼注入輸送層を2層以上設ける ときも同様である。このような積層順とすることによっ て、駆動電圧が低下し、電流リークの発生やダークスポ ットの発生・成長を防ぐことができる。また、素子化す。 る場合、蒸着を用いているので1~10mm程度の薄い膜 も、均一かつビンホールフリーとすることができるた。 め、正孔注入層にイオン化ポテンシャルが小さく、可視 部に吸収をもつような化合物を用いても、発光色の色調 変化や再吸収による効率の低下を防ぐことができる。

【0069】本発明のチオフェン系化合物は正孔注入および/または輸送層に用いることができるが、この場合発光層に用いる蛍光物質は、より長波長の蛍光をもつものから選択すればよく、例えば、前記した、発光層にお

いて本発明のチオフェン系化合物と併用される並売物質 の工種以上から適宜選択さればよい

【0070】また、適宜設けられる電子注入および。または輸送層に用いられる電子注入輸送性化合物としては、前記と同様のものを挙げることができる。また、このような態穣においても混合層タイプの発光層と組み合わせることができる。

【0071】本発明では、前記の発光層や正孔注入輸送層や電子注入輸送層などのような有機化合物層に、一重項酸素クエンチャーとして知られているような化合物を含有させてもよい。このようなクエンチャーとしては、ルブンンやニッケル錯体、ジフェニルイソベンゾフラン、三級アミン等が挙げられる。

【0072】本発明において、陰極には、仕事関於の小さい材料、例えば、し主、Na、Mg、Al、Ag、lnあるいはこれらの1種以上を含む合金を用いることが好ましい。また、陰極は結晶粒が細かいことが好まし、 特に、アモルファス状態であることが好ましい。陰極の厚さは10~1000m程度とすることが好ましい。また、電極形成時に有機化合物層にダメージに与えない材料を用い、かつダメージを与えないようなプロセスをとることが好ましい。また、電極形成の最後にAlや、フッ素化合物を蒸音、スパッタすることで封止効果が向上する。

【0073】 有機EL素子を面発光させるためには、少 なくとも一方の電極が透明ないし半透明である必要があ り、上記したように陰極の材料には制限があるので、好 ましくは発光光の透過率が80%以上となるように陽極 の材料および厚さを決定することが好ましい。具体的に は、例えば、ITO、IZO(匪鉛ドーフ酸化インジウ ム)、SnOo、Ni、Au、Pt、Pd、ポリピロー ルなどを陽極に用いることが好ましい。また、陽極が厚 さは10~500m間度とすることが好ましい。また、 素子の信頼性を向上させるために駆動電圧が低いことが、 必要であるが、好ましいものとして10~300 □の。 ITO (厚み80~300nm) が挙げられる。実際に は、1TO両界面での多重反射による光干渉効果が、高 い光取り出し効率、高い色純度を満足できるようにIT Oの膜厚、光学定数を設計してやればよい。またディス。 プレイのような大きいデバイスにおいては、ITOO抵 抗が大きくなるのでAL等の配線をしてもよい。

【0074】基板材料に特に制限はないが、図示例では 基板側から発光を取り出すため、ガラスや樹脂等の透明ないし半透明材料を用いる。また、基板には、図3に示されるように、カラーフィルター膜や蛍光物質を含か 蛍光変換フィルター膜、あるいは誘電体反射膜を用いて 発光色をコントロールしてもよい。

【0075】なお、男板に不透明な材料を用いる場合に は、図1~図3に示される積層順序を逆にしてもよい

【0076】カラーフィルター膜には、液晶ディスプン

イ等で用いられているカラーフィルターを用いてもよいが、有機ELの発光する光に合わせてカラーフィルターの特性を調整し、取り出し効率・色純度を最適化すればよい。また、FL素子材料や蛍光変換層が光吸収するような短波長の光をカットできるカラーフィルターを用いることが好ましく、これにより素子の耐光性・表示のコントラストも向上する。

【0077】また、誘電体多層膜のような光学薄膜を用いてカラーフィルターの代わりにしてもよい

【0078】 蛍光変換フィルター膜は、EL 発光を吸収 し、蛍光変換膜中の蛍光体から光を放出させることで発 光色の色変換を行うものであるが、バインダー、蛍光材料、光吸収材料の三つから形成される。

【0079】蛍光材料は、基本的には蛍光量予収率が高いものを用いればよく、EL発光波長域に吸収が強いことが望ましい。実際には、シーザー用色素などが適しており、ローダミン系化合物、ヘリンン系化合物、シアニン系化合物、フクロシアニン系化合物(サブフタロシアニン等も含む)、ナフタロイミド系化合物、縮合環境化水素系化合物、縮合複素環系化合物、スチリル系化合物、クマリン系化合物等を用いればよい。

【0080】バインダーは基本的に蛍光を消光しないような材料を選べばよく、フォトリソグラフィー、印刷等で微細なパターニングができるようなものが好ましい。また、ITOの成膜壁にダメージを受けないような材料が好ましい。

【0081】 光吸収材料は、蛍光材料の光吸収が足りない場合に用いるが、必要のない場合は用いなくてもよい。また、光吸収材料は、蛍光材料の蛍光を消光しないような材料を選べばよい。

【0082】次に、本発明の有機EL素子の製造方法を 説明する。

【0083】陰極および陽極は、蒸着法やスパッタ法等の気相成長法により形成することが好ましい。

【0084】正孔注入輸送層、発光層および電子注入輸送層等の有機化合物層の形成には、均質な薄膜が形成できることから真空蒸着法を用いることが好ましい。真空蒸着法を用いた場合、アモルファス状態または結晶粒径が $0.1\mu$ m 以下(通常、下限値は $0.001\mu$ m 程度である。)の均質な薄膜が得られる、結晶粒径が $0.1\mu$ m を超えていると、不均一な発光となり、素子の駆動電圧を高くしなければならなくなり、電荷の注入効率も

答しく低下せる

【0085】真室藤谷り条件は特に限定された。中、10<sup>-3</sup>Pa(10<sup>-5</sup>Torr)以下の真空度とし、藤眷連度は 0、1~1 mm 'sec 程度とすることが好ましい。また、真空中で連続して各層空形成することが好ましい。真空中で連続して各層空形成することが好ましい。真空中で連続して形成すれば、各層の界面に不純物が吸音することを防げるため、高特性が得られる。また、素子の駅動電圧を低くしたり、ダークスポットの成長・毎生を抑えたりすることができる。

【0086】これら各層の形成に真空蒸稽法を用いる場合において、1層に複数の化合物を含有させる場合、化合物を入れた各ボートを個別に温度制御して共産省することが好ましい。

【0087】本発明の存機EL素子は、通常、直流原動型のEL素子として用いられるが、交流駆動またはハルス駆動することもできる。印加電圧は、通常、2~20V程度とされる

#### [0088]

【実施例】以下、木竜門の具体的実施例を示し、木竜門をさらに詳細に説明する。まず、式(1)で示されるチオフェン系化合物の合成実施例を示す。

<実施例1>5、5 \* ービス {4- [ビス (4- メ ヂ ルフェニル) アミノ] フェニル $\{-2, 2': 5', 1, 2'' 5', 1, 2'' 5', 1, 2'' 5', 1, 2'' 5', 1, 2'' 5', 1, 2'' 5', 1$ 2<sup>\*\*\*</sup> - ターチオフェン (1-7) の合成200mlの反 応容器に4ープロモフェニルーピスー(4ーメチルフェ ニル) アミンをマグネシウムと反応させ、5、5 ^ ^ -ジブロモー2、21:51、211ーターチオフェンと ニッケルジフェニルフォスフィノブロバンジクロライド を加え、Aェ雰囲気中、オイルバスの温度80℃で24 時間還流した。反応終了後、トルエンを200ml加え工 N塩酸に投入し、水で洗浄後、硫酸ナトリウムで乾燥し た。乾燥後この濾液より溶媒を留去し、残渣を2回シリ カゲルカラム精製(展開溶媒:n ーペキサン/トルエン 混合溶媒) し、ヘキサン/トルエン混合溶媒より再結品 を繰り返し、真空乾煙後、オレンジ色のリーフ状結品と して5、5<sup>\*</sup> ーピス {4ー [ビス (4ーメチルフェニ ル) アミノ] フェニルト -2,  $2^*:5^*$ ,  $2^*:-2$ ーチオフェンを得た

【0089】このうち2gを昇華情製し透明なガラス状の周形物1、8gを得た

[0090]

質量分析: m/e 790 (M<sup>+</sup>) 元素分析 C. ΙI Ν S 計算値(%) 78.95 5. 35 3. 54 12. 16 79.17 実測値 (%) 5. 37 3. 44 12.05示差走資熱量測定 (DSC): 融点。 2 3 3 C ガラス転移温度(DSC) 9 3 C 440nm (テトラヒドロフラン中) 吸収スペクトル 蛍光スペクトル 5 1 6 nm - (テトラヒドロフラン中)

DSCについては図4に示す。また蛍光スペクトルを図 6に示す。

【0091】<実施例2>5,5 \*\* ービス {4--[ビス (4ーメデルフェニル) アミノ] フェニルトー 2, 2':5", 2'':5'', 2'''ークオータ ーチオフェン (1-8)の合成

2- {4- [ビス (4-メチルフェニル) アミノ] フェ ニルトー5ープロモチオフェンと5,5 ージプロモー

- 質量分析:m/e - 872(M<sup>†</sup> )

[0093] 元素分析 C. H Ν S 計算値 (%) 77.02 5.08 3.2114.69 5.07 実測値 (%) 77.06 3.1214.63 示差走查熱量測定(DSC): 磁点点 2 2 8 °C

> ガラス転移温度(DSC) 9.8°C

吸収スペクトル 453mm (テトラヒドロフラン中) 532nm 並光スペクトル - (チトラヒドロフラン中)

DSCについては図4に示す。また、サイクリックボル タメトリーの結果を図5に示す。

【0094】なお、他の例示化合物も同様に合成した。 【0095】次に、有機主し素子のサンフルについての 実施例を示す。

【0096】<実施例3>厚さ100nmの1TO透明電 極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、UVオゾン洗浄後、蒸着装置 の基板ホルダーに固定して、 $1 \times 10^{-6}$ Torrまで減圧し t-,

【0097】次いで、本発明のチオフェン系化合物5, 5' ・ービス (4ービス (4ーメチルフェニル) アミ 7] フェニルトー2、2':5',2''ーターチオフ ェン (I-7) を蒸着速度 2 nm/sec で I 2 0 nmの厚さ に蒸着し、発光層(単層の発光層)とした。

【0098】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0、2 nm/sec で200 nmの厚さに蒸着して陰極とした。

【0099】この有機EL素子サンプルNo. 1に電圧 を印加して電流を流したところ、16Vで600cd/m<sup>2</sup> の橙白色 (発光極大波長 1 max = 5 2 5 nm, 5 8 0 nm) の発光が確認され、この発光は乾燥アルゴン雰囲気中で |1|0|0|0|0時間以上安定ししていた。|3|0|0 cd/m $^2$  時の 効率は0.01 lm/#であった。

【0100】図7および図8に、この有機EL素子サン プルNo、1の発光特性を示す。

【0101】<実施例4>厚さ100mmの1T0透明電 極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、UVオゾン洗浄後、蒸音装置 の基板ホルダーに固定して、 $1 \times 1.0^{-6}$ Torr よで減圧し 1:,

【0102】次いで、本発明のチオフェン系化合物 5、

5) ービス {4ーピス (4ーメチルフェニル) アミ 7] フェニルトー2、2、:5、,2、、ーターチオフ エン (1-7) を蒸音速度2 nm/sec で6 0 nm/り厚さに 蒸着し、正礼(ホール)輸送性発光層とした。

2, 2 バイチオフェンとを、実施例 L と同様に反応さ

せた。真空乾燥後、黄松色のリーフ状結晶として5。

2 \* \* \* ークオーターチオフェンを得た。

の周形物工、8夏を得た

5' ` ービス {4ービス (4ーメチルフェニル) アミ 7]  $\forall x = n + 2$ ,  $2^{n} : 5^{n}$ ,  $2^{n} : 5^{n}$ .

【0092】このうち2gを昇華情製し透明なガラス状

【0103】さらに、減圧状態を保ったまま、トリス (8ーキノリノラト)アルミニウムをを蒸着速度2mm/ sec で60mの厚さに蒸着し、電子注入層とした。

【0104】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0. 2nm/sec で200 nmの厚さに蒸着して陰極とした。

【O I O 5 】この有機EL素子サンプルNo. 2に間圧 を印加して電流を流したところ、18Vで13000ed /m<sup>2</sup> の橙白色(発光極大波長 l max = 5 2 5 nm, 5 8 0 nm) の発光が確認され、この発光は乾燥アルゴン雰囲気 中で10000時間以上安定ししていた。300㎡。 時の効率は1.1 lm Wであった。

【0106】図6~図8に、この有機形し素子サンプル No. 2の発光スペクトルおよび発光特性を示す。

【0 1 0 7】 〈実施例 5〉 厚さ 1 0 0 mmの 1 T O 透明電 極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、UVオゾン洗浄後、蒸音装置 の基板ホルダーに固定して、 $1 imes 1 ext{ } 0^{-6}$ Torrまで適圧し

【0108】次いで、4、4、4、1、-トリス[N-フ ヨニルーNー(3ーメチルフェニル)アミノトリフェニ ルアミン (MTDATA) を、蒸音速度2mm/sec で5 Onmの厚さに蒸着し、正孔注入層とした。

【0109】次いで、正孔注入輸送性化合物としてN. ル) -4, 4<sup>\*</sup> -ジアミノ-1, 1<sup>\*</sup> -ピフェニル (T PD)、電子注入輸送性化合物としてトリス(8ーキノ リノラト) アルミニウム (A LQ3) を各々用い、ほぼ 同じ蒸音速度約0.5nm/secで蒸音し、それと同時にチ オフェン系化合物 I ー 7 も蒸着速度約 0. 0 1 nm secで 蒸着して 4 0 nm厚の混合層の発光層を形成した。混合層において、TPD:AIQ3:チオフェン系化合物 I ー 7 = 5 0:50:1 (膜厚比)である。

【0.1.1.0】さらに、減圧状態を保ったまま、トリス (8-キノリノラト) アルミニウムをを蒸音速度  $2\,\mathrm{nm}$  sec で $6.0\,\mathrm{nm}$ の厚さに蒸音し、電子注入層とした。

【0 1 1 1】 さらに、減圧状態を保ったまま、Mg Ag (重量比 1 0 : 1) を蒸着速度 0. 2 nm/sec で 2 0 0 nmの厚さに蒸音して陰極とした。

【0112】この有機EL素子サンフルNo. 3に電圧を印加して電流を流したところ、16 V で 2000 O octom  $^2$  の橙白色(竜光極大波長 $\lambda$  max =520 nm, 570 nm) の発光が確認され、この発光は乾燥アルゴン雰囲気中で 1000 0 時間以上安定ししていた。 300 cd  $m^2$  時の効率は 1.5 lm Wであった。

【0113】実施例3~5においてチオフェン系化合物 1~7のかわりに他の例示化合物を用いて同様に素子を 作製し、同様に特性を調べたところ、素子構成に応じ、 同様の良好な結果が得られた。また、例示化合物を2種 以上併用した場合においても同様の結果であった。

## [0114]

10 7 10 7

【発明の効果】以上より本発明のチオフェン系化合物を用いた有機ELL素子は、高輝度な発光が可能であり、連続発光が可能で信頼性の高い素子であることは明らかである。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の有機EL素子の一例を示す概略構成図

でちる

【図2】木竜明の有機形工製子の他の一個を採土短標構成図である。

【図3】 木発明の有核EL素子のさらに他の一個を示す 概略構成図である。

【図4】木発明の化合物のDSCのグラフである

【図5】 木竜町の化合物のサイクリックボルタストリー のグラフである。

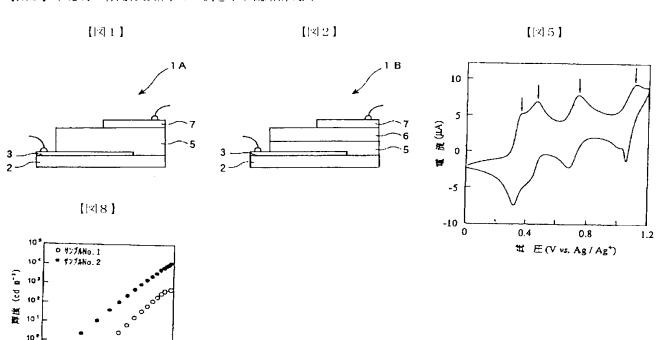
【図6】 本発明の化合物の蛍光スペクトルおよび有機形 し素子の発光スペクトルのグラフである。

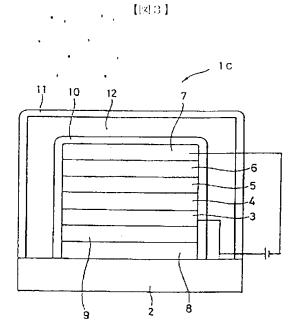
【図7】本発明の有核正工素子の発光特性を示しアラフである。

【図8】本発明の有機Eも素子の発光特性を示すプラフである。

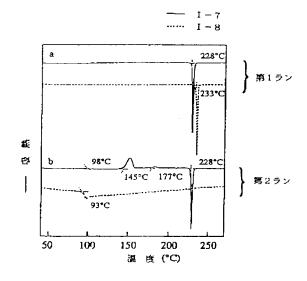
# 【符号の説明】

- TA、TB、TC 有惯EL素子
- 2 基板
- 3 陽極
- 4 正孔注入輸送層
- 5 発光層
- 6 電子注入輸送層
- 7 陰極
- 8 カラーフィルター膜
- 9 蛍光変換フィルター膜
- 10 封北層
- エエーケーシング
- 12 気体または液体

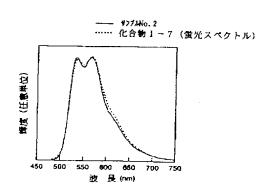




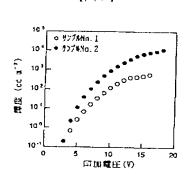
{F<|4]



【图6】



[|2|7]



プロントページの続き

(72) 発明者 南波 邀良 東京都中央区日本橋・丁目13番1号 ティ ーディーケイ株式会社内

(72) 発明者 - 井上 - 鉄司 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 - ティ ーディーケイ株式会社内

			• •
		•	: